BEST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

63-174917

(43) Date of publication of application: 19.07.1988

(51)Int.CI.

A61K 7/13

(21)Application number : 62-005836

(71)Applicant: SUNSTAR INC

(22)Date of filing:

12.01.1987 (72)Invent

(72)Inventor: FUKUMASU AKIO

OKU MASAKO

EDAHARA MASASHI

(54) HAIR DYE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a hair dye consisting of a 1st liquid containing a compound giving a specific ion and a hair dye and a 2nd liquid containing hydrogen peroxide, giving a pH falling within a specific range when both liquids are mixed with each other, having low irritation, effective in suppressing the damage of hair and capable of dyeing hair in a short time.

CONSTITUTION: The objective hair dye is composed of a 1st liquid containing a compound dissociating in water to form HCO3-, HPO42-, H2PO4-, HSO4-, HSi3- or HBO4- and a hair dye such as oxidation dye, direct dye, etc., as essential components and a 2nd liquid containing hydrogen peroxide as an essential component. The hair dye is compounded with a proper amount of a pH-modifier to give pH 4W8, preferably pH 6W8 when both liquids are mixed with each other. The amounts of the ion-forming compound and the hair dye are preferably 1W20wt.% and 0.001W10% based on the whole 1st liquid and the amount of hydrogen peroxide is preferably 1W6% of the 2nd liquid.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑲ 日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑩ 公 開 特 許 公 報 (A)

昭63-174917

@Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

匈公開 昭和63年(1988) 7月19日

A 61 K 7/13

7430-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

母発明の名称 染毛剤

②特 願 昭62-5836

空出 願 昭62(1987)1月12日

⑫発 明 者 福 增 章 夫 滋賀県大津市日吉台3-11-6

⑫発 明 者 奥 昌 子 大阪府高槻市東五百住町 2 - 37 - 7

砂発 明 者 枝 原 将 師 大阪府大阪市西淀川区姫島 2 - 17-24

①出 願 人 サンスター株式会社 大阪府高槻市朝日町3番1号

砂代 理 人 弁理士 青山 葆 外2名

明 和 普

1. 発明の名称

染毛剂

2. 特許請求の範囲

(1)水中で解離してHCO。「、HPO。」、H:PO。「、HSO。」、HSiO。」またはHBO。」を生成する「租または2種以上の化合物および染毛用染料を必須成分とする第1剂および過酸化水素を必須成分とする第2剂からなる2剂形であって、第1剂および第2剤混合時のpH が4~8であることを特徴とする染毛剤。

(2) 放化合物が水中で解離してHCO=を生成する化合物である前記第(1)項の換毛剤。

(3) 数化合物がNaHCOa、NHaHCOa、KHCOa、NaaCOa、(NHa)aCOaをおよびKaCOa より成る群から選択される前紀第(2)項の染

(4)放混合時のpH が6~8jである前記第(1) 項~第(3)項いずれか1つの染毛剤。

3. 発明の詳細な説明

死明の分野

本売明は染毛剤、さらに詳しくは低刺激性で、 毛髪の摂傷を抑制した、かつ染毛施術時間が短い 染毛剤に関する。

売明の背景

おり、アルカリ剤のない場合、ブリーチ力や染料 の発色がきわめて劣り、実用的でなくなるので、 むしろ、このアルカリ剤は必須成分といえる。

しかしながら、アルカリ剤の配合は染毛剤の染毛機能を向上させるものの、他方では種々の問題を伴うものである。例えば、アルカリ剤の配合のため、第1剤および第2剤混合時において、適pH領域で存在する遊離アルカリによって皮膚等が刺激され、毛髪が損傷を受ける問題がある。また、アルカリ剤として、アンモニアが配合されている場合はその刺激臭により不快感が生じ、また、モノー、ジーまたはトリエタノールアミンが配合されている場合はその不抑発性のために使用後も毛髪に残留しやすい問題がある。

加えて、従来の染毛剤では、染毛施術時間に20~40分と比較的長時間を要し、染毛に時間が かかりすぎるという問題もあった。

発明の開示

発明者らはこのような事情に鑑み、前記の程々

前記イオンの作用により、単に過酸化水素を用いた場合よりも、発生期の酸素の最を多くでき、毛 髪の染毛力を高めることができる。

かくして、本発明においては、第1 相に必須成分として、抜イオンを生成する化合物および染毛 用染料を配合する。

用いる数イオンを生成する化合物(以下、イオン生成化合物という)の例としては、HCOs-を生成するものとして例えば、NacCOs、NaHCOs、KHCOs、KHCOs、(NH.)。COs およびNH.HCOs等より成る群から選択される化合物、HPOs-またはHePOs-を生成するものとして例えば、NapPOs、NaHPOs、KHePOs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、(NH.)。POs、KHSOs、(NH.)。SOs およびNH.HSOs等より成る群から選択される化合物、HSOs を生成するものとして例えば、N

の問題を解消した染毛剤を得ようと鋭意研究を重ねた。その結果、第1剤に染毛用染料、第2剤に過酸化水素を含有する2剤形の染毛剤において、第1剤に特定のイオンを生じる化合物を配合し、両剤の混合時のpH を4~8とすることにより、過酸化水素からの発生期の酸素の発生量を抜イオンのない場合に比し、著しく増加させることができ、温和なpH 域でブリーチ力、染毛性を高めることができることを見出し、本発明を完成するにいたった。

すなわち、本発明は水中で解離してHCO。」、 HPO。」、HSO。」、HSO。」、HSiO。」 またはHBO。」を生成する1種または2種以上の 化合物および1種もしくは2種以上の染毛用染料 を必須成分とする第1剤と、過酸化水素を必須成 分とする第2剤からなる2剤形であって、第1剤 および第2剤混合時のpH が4~8であることを 物数とする染毛剤を提供するものである。本発明 の染毛剤においては、pH 4~8とすることによ り、毛髪の似似や人体への刺激が観和され、一方

集毛用染料としては、酸化染料、中間体、カブラー直接染料等、通常、染毛に用いられる染料を単独で、あるいは、適宜、2 程以上を組合せて用いることができる。これらの例としては、5 ーアミノオルトクレゾール、2 ーアミノー4 ーニトロフェノール、2 ーアミノー5 ーニトロフェノール、1 ーアミノー4 ーメチルアミノアントラキノン、3、3'ーイミノジフェノール、塩酸トルエンー2、5 ージアミン、塩酸ニトロパラフェニレンジアミン、塩酸パ

ラフェニレンジアミン、塩酸N-フェニルパラフェ ニレンジアミン、塩酸メタフェニレンジアミン、 オルトアミノフェノール、カテコール、レゾルシ ン、酢酸N-フェニルパラフェニレンジアミン、 1.4-ジアミノアントラキノン、2.6-ジアミ ノビリジン、1.5-ジヒドロキシナフタレン、 ジフェニルアミン、トルエンー2,5-ジアミン、 トルエンー3,4ージアミン、αーナフトール、 ニトロパラフェニレンジアミン、パラアミノフェ ニルスルファミン酸、パラアミノフェノール、パ ラニトロオルトフェニレンジアミン、パラフェニ レンジアミン、パラメチルアミノフェノール、ピ クラミン酸、ピクラミン酸ナトリウム、ピクリン 殷、N.N'-ピス(4-アミノフェニル)-2.5 - ジアミノー1、4 - キノンジイミン、2 - ヒド ロキシー5-ニトロー2',4'ージアミノアゾベ ンゼンー5-スルホン酸ナトリウム、ハイドロキ ノン、ピロガロール、N-フェニルパラフェニレ ンジアミン、フロログルシン、ヘマテイン、役食 子酸、メタアミノフェノール、メタフェニレンジ

割合で用いられる。

本発明の染毛剤の第2剤には必須成分として過酸化水素を配合する。過酸化水素は染毛効果上、第2剤全型に基づいて、一般に、0.1~6%、好ましくは、1~6%の割合で配合する。

また、本発明においては、第1 剤と第2 剤の混合時のイオン生成化合物と過酸化水素のモル比が 1/20~20/1、好ましくは、1/5~5/1となるようにすることが望ましく、この範囲外ではブリーチ力が低下して過酸化水素単独のレベルに近似し、染毛効果が低下する。

さらに、本発明においては、第1 利と第2 剤の混合時のpH が4~8、好ましくは、6~8となるようにする。これ以外のpH 紅田では、ブリーチ力、染毛力が低下し、加えて、pH 8を超えると避離アルカリが存在して毛髪の損傷が起こり、一方、pH 4 未満では酸性が強く不適当である。このpH 紅田の実現のため、要すれば、第1 剤および/または第2 剤に、クエン酸、リン酸、塩酸、アンモニア、水酸化ナトリウム、モノエタノール

放イオン生成化合物は配合効果の観点から、第1利全量に基づいて0.1~30%(爪債%、以下同じ)、好ましくは、1~20%の割合で配合する。また、染毛用染料は、用いる個々の染料に応じ、従来品と同程度の量で配合でき、一般に、第1利全量に基づいて、0.001~10%程度の

アミン等の知きpH調整剤を適量配合する。

本発明の染毛剤は常法に従って、所望の配合成分を処方して製造することができ、シャンプータイプ、トリートメントタイプ、プレトリートメントタイプなどの種々の形態のものとすることができ、例えば、第1剤が粉末で第2剤が水溶液などとでき、その他所望により種々の成分を加えて乳液、クリーム、ペーストなどの剤形とすることもできる。必須成分以外の成分は特に限定されるものではなく、各種の可溶化剤、乳化剤、溶剤、湿潤剤、起泡剤、起泡剤、油脂、ワックス、炭化水素、脂肪酸、アルコール、多価アルコール、エステル油、各料等を適宜組合せて配合することができる。

本発明の外毛剤は従来の染毛剤と同様な方法で 用いることができ、例えば両剤を所定の割合で混 合し、頭髪に均一に並布し、約15分間放置し、 次いでお過ですすぎ、シャンプーし、乾燥する。

発明の効果

以下に本発明の効果について説明する。

[1]ブリーチカ

添付図面の第1図および第2図は、過酸化水素 単独の場合、並びに過酸化水素およびイオン生成 化合物非存下の場合におけるpH とブリーチ力と の関係を示すグラフである。

イオン生成化合物としては、Na,CO3、NaHCO3、NaHSO3、N

[2]毛壁の損傷試験A

以下に示す配合比で処方したブリーチ試験液を 用い、以下に示す処理方法に従って毛髪を処理し て、毛髪の抵傷評価テストを行った。

<ブリーチ試験液>

成 分	A液	B被
過酸化水紫水(35%)	8.6亚面%	8.6亚亚%
アンモニア水(28%)	6.0	-
リン酸	-	0.06
炭酸水素アンモニウム	-	4.6
精製水	85.4	86.74

A被は従来品に対応するものであってpHは10. 5、 B被は本発明に対応するものであってpHは7.2である。

<処理方法>

浴比; ブリーチ試験液 5 0 g:毛髪(日本人化学 的未処理毛)!g

ブリーチ処理条件:

毛髪を26±1℃の水またはブリーチ試験液に30分間浸液する。次いで水ですすぎ、乾

の毛嬰について対応する明度を求め、次式に従って計算した脱色率(%)を採用した。

脱色率(%) =
$$\frac{100(z-y)}{x-y}$$

x: 日本人白髪の対応する明度

2: ブリーチ処理毛の対応する明度

第1図および第2図のグラフから明らかな如く、pH 4~8における各イオン生成化合物存在下のブリーチ力は同pH 範囲における単独の過酸化水 索のブリーチ力よりもはるかに大であり、 またpH 6~8におけるNaiCO。、NaHCO。、N
H · HCO。またはNaHBO。存在下のブリーチ力はpH9~11における増大した過酸化水素単独の場合(従来のアルカリ剂配合染毛剤に相当)のブリーチ力よりも大である。かくして、該イオンの存在する系は従来の染毛剤のごときアルカリ剤配合下の過酸化水素の系よりもブリーチ力に優れたものであることがわかる。

燥する。以上の操作を3回繰り返す。

<蛋白溶出瓜分析>

前記プリーチ処理過程での各プリーチ浸渍液および水ですすいだ洗液を全て集め、水を蒸発させて分析用試料とする。この試料を用い、高速液体クロマトグラフィーにて蛋白溶出風を定量する。

結果を第3図のグラフに示す。

第3図のグラフより明らかな如く、本発明のB 液で毛髪を処理した場合は、従来品のA液で処理 した場合に比し、蛋白溶出量がかなり少なく、 従って使用による毛髪の損傷度が小さいことがわ かる。

[3] 外毛性および毛髪損傷試験B

a)試験液

以下の処方に従い、リン酸および/またはモノエタノールアミンで適宜pHを4、5、6、7、8、9、10および11に調整し、本発明の2剤形染毛剤の両剤混合時に相当する試験液を調製した。

<試験液処方>

成 分	瓜瓜%
パラフェニレンジアミン	0.10
カテコール	0.10
EDTA・2ナトリウム	0.10
低水亜硫酸ナトリウム	0.10
プロピレングリコール	6.00
炭酸水煮アンモニウム	9.30
過酸化水α水(35%)	17.10
リン酸またはモノエタノールアミン	n c
精製水	67.20

このとき炭酸水紫アンモニウムの濃度は1.18
モル/ℓ、過酸化水紫の濃度は1.76モル/ℓであり、混合モル比はNH・HCO・:H・O・=2:3
である。同様に、イオン生成化合物としてNH・HCO・の代りに各々(NH・)・HPO・、NH・HSO・を用い、イオン生成化合物および過酸化水紫の濃度、従って混合モル比を前記と同じくした各試験液を調製した。また、イオン生成化合物を加えない以外は全く同様にして対照試験液を調製した。

◎…非常に染まりが良い、全く傷んでいない	〇…染まりが良い、ほとんど傷んでいない	△…焼まりがやや悪い、やや傷んでいる	>…女かで大熊: 女 よこか
日本語			

基

	第1表 pHと染毛性および毛髪の損傷との関係	毛性お	よび毛	髪の損	ほとの	恩孫		
	Hd	_	1 0	6	8	7	9	۳.
	H,0,() () ()	0	0	0	⊲	×	×	^
	H'O'+NH'HCO'	0	0	0	0	0	0	١٧
第毛	H,0,+(NH,),HPO,	0	0	0	0	0	0	17
	H.O.+NH.HSO.	0	0	0	0	0	0	17
	H,O,+NH,HSiO,	0	0	0	0	0	0	١٧
	H,0,+NH,HBO,	0	0	0	0	0	0	١
	(選灰) *0*H	×	×	×	Δ	0	0	ال
,	H.O.+NH.HCO.	×	Δ	0	0	0	0	١٧
形製の協働	H,0,+(NH,),HPO,	×	۷	۷	0	0	0	١٧
	H,0,+NH,HSO,	×	Δ	۷	0	0	0	ال
	H,0,+NH,HSi0,	×	Δ	۷	0	0	0	ا
	H,0,+NH,HBO,	×	Δ	0	0	0	0	ا
					Ì			

b)外毛性試験

日本人白嬰(化学的未処理毛)を毛嬰: 試験被=19:69 の浴比にて前記各試験被に設議し、10分間放置し、SLS10%水溶液で洗浄し、50℃で1時間乾燥した。この毛嬰試料をH.O.(対M)pH9における毛嬰試料を基準として、肉吸一対比較にて別記評価基準に従い、染毛性を評価した。

c) 毛髪の損傷試験

b)に記載した浸漬ないし乾燥の操作を5回くり返し、操作後の毛髪試料をH。O。(対照) pH 9 における毛髪試料を基準として、各毛髪試料の表面状態を走査型電子顕微鏡にて観察し、別記評価基準に従い、損傷の度合を評価した。

結果を第1扱に示す。

第1投において、対照におけるpH 9~11の 場合が従来のアルカリ利配合染毛剤に対応し、その他におけるpH 4~8の場合が本発明の染毛剤 に対応するものである。 妻より明らかな如く、染 毛性については、本発明の染毛剤は従来の染毛剤 とほぼ同等の染毛性を育している。 一方、毛髪の 扱偽については、本発明の染毛剤の方が格及に侵 れている。 従って、本発明の染毛剤は、従来のア ルカリ剤配合染毛剤の良好な染毛性をそのまま維 持しつつ、従来のアルカリ剤配合染毛剤で見られ た毛髪の損傷を無くすることができる。

さらに、pH 4 ~ 8、好ましくはpH 6 ~ 8とすることにより遊離アルカリがほとんど存在しないので収凊等への刺激も大いに緩和される。

加えて、後記実施例にも記載する如く、本発明の染毛剤は施術時間が 10~15分と短かく、従来のものより、短時間で染毛が行なえる。

以下に実施例を挙げて本発明をさらに詳しく説 切する。

实施例1

, y'

次の処方に従い、常法により、第1 剤が粉末、 第2 剤が水溶液である本発明の2 剤形染毛剤を得た。

< 第1 剂処方 >

成 分	重面%
炭酸水業アンモニウム	91.5
塩酸パラフェニレンジアミン	2.5
没食子酸	2.5
硫酸メタアミノフェノール	2.5
塩酸メタフェニレンジアミン	1.0
< 尔 2 剂処方>	
成 分	重量%
過酸化水素水(35%)	16.5
リン酸	通瓜
精製水	83.5

この2 削形染毛剤を使用するには、例えば第1 剂:第2 剂=5:100の割合で混合する(混合時のpH7.0)。これを頭壁に均一に整布し、約15 分間放置後、お湯ですすぐ。次いで、シャンプー し、乾燥して好適な染毛が達成される。

フェニルエーテル

ポリオキシエチレン(40)セチル	2.0
エーテル	
セトステアリルアルコール	0.5
ステアリン酸ポリエチレングリ	2.0
コール	
モノステアリン酸ポリオキシエ	5.0
チレン(20)ソルピタン	
EDTA・2ナトリウム	0.2
	65.3
クエン酸	通血

この2 削形染毛剤を使用するには、例えば第1 剂:第2 剂=1:1 の割合で混合する(混合時のpH 7.1)。これを頭壁に均一に塑布し、約10分間 放置後、お渦ですすぐ。次いで、シャンプーし、 乾燥して好遊な染毛が遊成される。

4. 図面の簡単な説明

第1図および第2図は、過酸化水素単独の場合、 並びに過酸化水素およびイオン生成化合物共存下 の場合におけるpH とブリーチ力との関係を示す

灾施例2

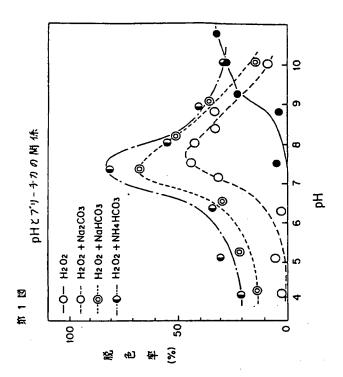
次の処方に従い、常法により、第1 州が非水ゲル、第2 州が水裕被である本発明の2 州形染毛利を得た。

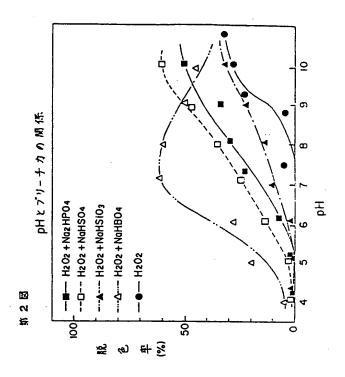
< 第1 剂処方>

成分	11 m %
プロピレングリコール	10.0
N-メチル-2-ピロリドン	2.0
塩化ステアリルトリメチルアンモ	5.0
ニウム	
塩化ジステアリルジメチルアンモ	1.0
ニゥム	
スクワラン	15.0
流動パラフィン	57.0
イソプロピルパルミテート	5.0
リン酸水煮ナトリウム	5.0
< 第 2 剂処方 >	
成 分	UA%
過酸化水素水(35%)	15.0
ポリオキシエチレン(8)ノニル	10.0

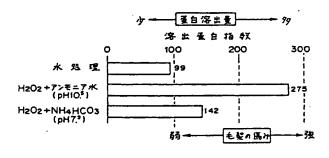
グラフである。 第 3 図は蛋白溶出量の比較結果を 示すグラフである。

特許山原人 サンスター株式会社 代 理 人 弁理士 背山 葆 ほか2名





第3図



This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.